

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

PAT-NO: JP403116910A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 03116910 A

TITLE: MAGNETIC ALLOY FILM

PUBN-DATE: May 17, 1991

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

WATANABE, YASUSHI

INT-CL (IPC): H01F010/14, G11B005/31 , H01F010/18

ABSTRACT:

**PURPOSE:** To reduce magnetostriction by a method wherein the title magnetic alloy film is formed in multilayer structure of an Fe-M-O-N alloy and an Fe-M-O alloy.

**CONSTITUTION:** The title magnetic alloy film is formed in multilayer structure of Fe-M-O-N alloy and Fe-M-O alloy. The M of the above-mentioned alloys indicates an element containing at least one or more kinds of the group consisting of Ta, Nb and Si. As a result, the thermal stability of Bs and Hc denotes excellent characteristics equal to that of the former alloy single layer, and as magnetostriction becomes the value almost approximate to the average value of the magnetostriction of both alloys, a magnetic alloy of low magnetostriction can be obtained. Accordingly, when the above-mentioned magnetic alloy film is used, an excellent magnetic record reproducing can be conducted on a high coercive force medium, a highly efficient thin film magnetic head and the like can be manufactured, and high density magnetic record reproduction can also be accomplished.

**COPYRIGHT:** (C)1991,JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報(A) 平3-116910

⑤ Int.Cl.<sup>5</sup>

H 01 F 10/14  
G 11 B 5/31  
H 01 F 10/18

識別記号

C

庁内整理番号

9057-5E  
7426-5D  
9057-5E

④ 公開 平成3年(1991)5月17日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全6頁)

④ 発明の名称 磁性合金膜

② 特 願 平1-256112

② 出 願 平1(1989)9月29日

⑦ 発 明 者 渡 辺 恭 志 神奈川県横浜市神奈川区守屋町3丁目12番地 日本ビクター株式会社内

⑦ 出 願 人 日本ビクター株式会社 神奈川県横浜市神奈川区守屋町3丁目12番地

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

磁性合金膜

## 2. 特許請求の範囲

(1) Fe-M-O-N合金と、Fe-M-O合金との多層構造よりなる磁性合金膜。(但し、MはTa、Nb、Siからなる群の少なくとも1種以上の元素)

(2)  $Fe_w M_x O_y N_z$ なる組成式で表されwxyzで示される原子%は

$$0.5 \leq x \leq 6 \quad 0.1 \leq y \leq 20$$

$$1 \leq z \leq 20$$

$$w + x + y + z = 100$$

なる関係を有する合金と、

$Fe_{w1} M_{x1} O_{y1}$ なる組成式で表され、w1x1y1で示される原子%は

$$0.5 \leq x1 \leq 6 \quad 0.1 \leq y1 \leq 20$$

$$w1 + x1 + y1 = 100$$

なる関係式を有する合金とを交互に積層して多層造としたことを特徴とする磁性合金膜。(但し

MはTa、Nb、Siからなる群の少なくとも1種以上の元素)

(3)  $Fe_w M_x O_y N_z$ なる合金と、 $Fe_{w1} M_{x1} O_{y1}$ なる合金とを交互に積層した多層構造からなる磁性合金膜において、合金の膜厚方向の平均の組成 $Fe_{\bar{w}} M_{\bar{x}} O_{\bar{y}} N_{\bar{z}}$ が

$$0.5 \leq \bar{x} \leq 6 \quad 0.1 \leq \bar{y} \leq 20$$

$$0.5 \leq \bar{z} \leq 15$$

$\bar{w} + \bar{x} + \bar{y} + \bar{z} = 100$ である磁性合金膜。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、高密度磁気記録用の磁気ヘッドに適する磁性合金膜に関する。

(従来の技術)

近年、磁気記録の高密度化や広帯域化の必要性が高まり、磁気記録媒体に高い抗磁力を有する磁性材料を使用して記録トラック幅を狭くすることにより、高密度磁気記録再生を実現している。そして、この高い抗磁力をもつ磁気記録媒体に記録再生するための磁気ヘッド材料として、飽和

磁束密度  $B_s$  の高い磁性合金が必要とされており、センダスト合金や  $Co-Zr$  系非晶質合金等をコアの一部または全部に使用した磁気ヘッドが提案されている。

然しながら、これらの合金の  $B_s$  は  $10\text{ kG}$  程度か或いはそれ以下であり、磁気記録媒体の抗磁力が  $20000\text{ e}$  以上になるとセンダスト合金や  $Co-Zr$  系非晶質合金を使用した磁気ヘッドでは良好な磁気記録再生が困難になった。又、磁気記録媒体の長手方向ではなく、厚さ方向に磁化して記録する垂直磁化記録方式も提案されているがこの垂直磁化記録方式を良好に行うには、磁気ヘッドの主磁極先端部の厚さを  $0.5\text{ }\mu\text{m}$  以下にする必要があり、比較的抗磁力の低い磁気記録媒体に記録するにも、高い飽和磁束密度を持つ磁気ヘッド用磁性合金が必要になる。

そして、センダスト合金や  $Co-Zr$  系非晶質合金よりも飽和磁束密度の高い磁性合金として、窒化鉄や  $Fe-Si$  系合金等の鉄を主成分とした磁性合金が知られている。

熱安定性にも優れていて、磁歪が非常に小さい磁性合金膜を提供することを目的とする。

(課題を解決するための手段)

本発明は上記の課題を解決するためになされたものであり、 $Fe-M-O-N$  合金と、 $Fe-M-O$  合金との多層構造よりなる磁性合金膜。

(但し、 $M$  は  $Ta$ 、 $Nb$ 、 $Si$  からなる群の少なくとも1種以上の元素) または

$Fe_w M_x O_y N_z$  なる組成式で表され  $w x y z$  で示される原子%は

$$0.5 \leq x \leq 6 \quad 0.1 \leq y \leq 20$$

$$1 \leq z \leq 20$$

$$w + x + y + z = 100$$

なる関係を有する合金と、

$Fe_{w1} M_{x1} O_{y1}$  なる組成式で表され、 $w1 x1 y1$  で示される原子%は

$$0.5 \leq x1 \leq 6 \quad 0.1 \leq y1 \leq 20$$

$$w1 + x1 + y1 = 100$$

なる関係式を有する合金とを交互に積層して多層構造としたことを特徴とする磁性合金膜。(但し

(発明が解決しようとする課題)

ところが、従来より知られている、これらの高  $B_s$  磁性合金は保磁力  $H_c$  が大きく、そのままでは磁気ヘッドの材料としては不十分であるのでセンダスト合金やパーマロイ等の保磁力の小さい磁性材料か、或いは  $SiO_2$  等の非磁性材料を中間層とした多層構造の磁気ヘッドが提案されている。

然しながら、このように異なる系の物質を多層化するには工数やコストがかかり、信頼性を保つのも難しいという問題点があった。

これらの問題点を解決するために、本発明人等によって、多層構造にしない単層でも高飽和磁束密度を有しさらに低保磁力である磁性合金を提案した。(特願昭64-35071号明細書など)

ところで、磁気ヘッド等の磁性合金に要求される特性として、上記の他に磁歪がある。前記した  $Fe-Ta-N-O$  合金はすでに低磁歪を実現しているが、今後更に磁歪の低いものが必要となる可能生がある。本発明は飽和磁束密度  $B_s$  が高く

$M$  は  $Ta$ 、 $Nb$ 、 $Si$  からなる群の少なくとも1種以上の元素) または

$Fe_w M_x O_y N_z$  なる合金と、 $Fe_{w1} M_{x1} O_{y1}$  なる合金とを交互に積層した多層構造からなる磁性合金膜において、合金の膜厚方向の平均の組成  $Fe_{\bar{w}} M_{\bar{x}} O_{\bar{y}} N_{\bar{z}}$  が

$$0.5 \leq \bar{x} \leq 6 \quad 0.1 \leq \bar{y} \leq 20$$

$$0.5 \leq \bar{z} \leq 15$$

$\bar{w} + \bar{x} + \bar{y} + \bar{z} = 100$  である磁性合金膜をそれぞれ提供するものである。

(実施例)

本発明の磁性合金膜の製造装置の一実施例を第1図に示す。

一対のターゲット5、5は鉄( $Fe$ )とタンタル( $Ta$ )、ニオブ( $Nb$ )、けい素( $Si$ )等の添加元素の合金ターゲットか、或いは適当な凹部を設けた純鉄のターゲットの凹部にチップ状の  $Ta$ 、 $Nb$  または  $Si$  をはめ込んだ複合ターゲットである。このターゲット5、5はターゲットホルダ9によって支えられており、このターゲット

5とターゲットホルダ9には、直流電源13よりマイナス電位が印加され、更にこのターゲットホルダ9の周囲にはシールド4が取り付けられている。

又、このターゲットホルダ9の内部には、両ターゲット5、5間にプラズマ14を収束するための磁石6、6が挿入され、かつターゲット5の表面の加熱を防ぐために冷却水8が流入している。

そして、接地された真空槽15の左右に、2個のターゲットホルダ9が絶縁体7によって絶縁されて設けられている。

又、この真空槽15の上部より、酸素( $O_2$ )、窒素( $N_2$ )、アルゴン( $Ar$ )がそれぞれ流量計1~3により、所定の流量に調節されて導入されている。ここで、本発明の磁性合金膜を得るには窒素を真空槽内に導入することと、真空槽内への導入を止めることを交互に切り換えなければならない。この切り換えの際の真空槽内の圧力変動および流量計2によって規制されている窒素流量の変動を少なくするために2個の空気圧作動式バルブa、bが設けられており、更にバルブbはロー

トリポンプ16に接続している。

真空槽内に窒素を導入する時はaが開、bが閉になっており窒素は真空槽内に導入される。

窒素を真空槽内に導入しない時はaが閉、bが開になっており窒素はロートリポンプ16によって排気される。この時、真空槽内の圧力とロートリポンプ16の圧力を略同じにすることによって、窒素の切り換え時の流量及び真空槽内の圧力変動を最小限に押さえることができる。

なお、アルゴンはターゲット5をスパッタすると同時に成膜する磁性合金膜中の酸素と窒素の量を調節するためのものである。

そして、真空槽15の下部には基板ホルダ12上に基板11が置かれ、不純物を防ぐためのシャッタ10が基板11を覆っている。

このようなスパッタ装置において、直流電源13により、左右のターゲットホルダ9に支えられたターゲット5、5の間にプラズマ14を発生させると、ターゲット5はマイナス電位であるので、プラズマ14中のアルゴンイオン( $Ar$ )

がターゲット5に衝突し、ターゲット5の鉄原子及びTa、NbまたはSi等の原子が飛び出す。

そして、ターゲット5から飛び出したこれらの原子とプラズマ中の酸素および窒素の原子または分子が基板11の上に成長していく。なお、スパッタ開始後の数分間は、シャッタ10を閉じて基板11を覆うことにより、ターゲット5の表面の不純物が基板11の上に付かないようにし、その後でシャッタ10を開けるようにする。

そして、流量計1~3にて酸素、窒素、アルゴンの導入量を調整すると共に、バルブa、bの開閉のタイミングを決めることにより、所望の元素組成比及び所望の膜厚の $Fe_w M_x O_y N_z$ と $Fe_w M_x O_y$ との多層膜を得ることができる。(但し、MはTa、Nb、Siの内の少なくとも1種以上の元素)

このようにして得た $Fe_w M_x O_y N_z$ と $Fe_w M_x O_y$ との多層膜の飽和磁束密度 $B_s$ 、保磁力 $H_c$ 、磁歪 $\lambda_s$ を第2図に示す。又、比較のために $Fe_w M_x O_y N_z$ 単層および $Fe_w$

$M_x O_y$ 単層の場合の数値も記す。各数値は300°C以上の熱処理を行った後の値である。

この第2図から理解できるように、 $Fe_w M_x O_y N_z$ 単層では磁歪は負であり保磁力は略1.0 Oeである。又、 $Fe_w M_x O_y N_z$ 単層では磁歪は正であり保磁力は0.1~0.3 Oeで $Fe_w M_x O_y$ 単層よりも小さい。更に、 $Fe_w M_x O_y N_z$ の方が $Fe_w M_x O_y$ よりも熱安定性に優れていることを本発明人は実験で確認している。単層では以上のような特性を示す $Fe_w M_x O_y N_z$ と $Fe_w M_x O_y$ とを交互に積層して多層化すると、保磁力と熱安定性は $Fe_w M_x O_y N_z$ 単層の時と同等の優れた特性を持ち、磁歪に関しては、 $Fe_w M_x O_y N_z$ と $Fe_w M_x O_y$ の略平均に近い値になり、 $1 \times 10^{-4}$ 以下の低磁歪を実現できる。

すなわち、 $Fe-M-N-O$ 合金と、 $Fe-M-O$ 合金との多層構造よりなる磁性合金膜、及び、 $Fe_w M_x O_y N_z$ なる組成式で表され $w x y z$ で示される原子%は

$$0.5 \leq x \leq 8 \quad 0.1 \leq y \leq 20$$

$$1 \leq z \leq 20$$

$$w + x + y + z = 100$$

なる関係式を有する合金と、

$Fe_w M_x O_y I$  なる組成式で表され、

$v I x I y I$  で示される原子%は

$$0.5 \leq x I \leq 8 \quad 0.1 \leq y I \leq 20$$

$$v I + x I + y I = 100$$

なる関係式を有する合金とを交互に積層して多層構造とした磁性合金膜、さらには、 $Fe_w M_x O_y N_z$  なる合金と、 $Fe_w I M_x I O_y I$  なる合金とを交互に積層した多層構造からなる磁性合金膜において、合金の膜厚方向の平均の組成  $Fe_{\bar{w}} M_{\bar{x}} O_{\bar{y}} N_{\bar{z}}$  が

$$0.5 \leq \bar{x} \leq 8 \quad 0.1 \leq \bar{y} \leq 20$$

$$0.5 \leq \bar{z} \leq 15$$

$$\bar{v} + \bar{x} + \bar{y} + \bar{z} = 100$$

である磁性合金膜によれば飽和磁束密度、保磁力、熱安定性に優れたものが得られると共に、磁歪に関して所望の値のものが得られるものである。

起こり、特に本発明の目的の一つである高  $B_s$  を達成できなくなる。従って、窒素の含有量が1~20原子%、更に好ましくは、1~10原子%である時、高  $B_s$ ・低  $H_c$  で熱安定性にも優れた磁性合金を得ることができる。実験によれば  $Ta$ 、 $Nb$  または  $Si$  の内の一種以上の元素の含有量が0.5原子%以下であると、添加による効果がほとんど見られず、十分な熱安定性が得られないことが解った。又、これらの含有量が8原子%を超えると  $H_c$  の増大が起こる。従って、 $Ta$ 、 $Nb$  または  $Si$  の内の一種以上の元素の合計含有量0.5~8原子%であるとき良好な磁気特性と熱安定性を持つ磁性合金を得ることができる。

$Fe_w M_x O_y N_z$  と  $Fe_w I M_x I O_y I$  との多層膜の膜厚方向の平均の窒素含有量  $\bar{z}$  は、 $Fe_w M_x O_y N_z$  中の窒素含有量  $z$  と、 $Fe_w M_x O_y N_z$  の膜厚  $t$  と  $Fe_w I M_x I O_y I$  の膜厚  $t I$  の比  $t/t I$  によって決まるが、この膜厚方向の平均の窒素含有量  $\bar{z}$  が0.5原子%未満であると、十分な低  $H_c$  が得られず、とくに良好な熱

ここで、第3図として  $Fe_w M_x O_y N_z$  なる組成式の合金の窒素および  $Ta$ 、 $Nb$ 、 $Si$  などの添加元素の含有量と回転磁場中で300℃の熱処理を行なった後の飽和磁束密度 ( $B_s$ ) と保磁力 ( $H_c$ ) との関係を示す。

なお、この図において含有量は ESCA (X線光電子分光分析法) EPMA (X線マイクロアナライザ法) 等による定量分析で行い原子%で表している。保磁力は真空中での熱処理を行った時の値であり熱処理温度は300℃である。

この図より明らかなように、酸素の含有量が0.1原子%未満であると十分な低  $H_c$  が得られず、20原子%を超えると軟磁気特性が大幅に劣化し、 $B_s$  の低下と  $H_c$  の増大が起こる。従って、酸素の含有量が0.1~20原子%、更に好ましくは0.1~10原子%である時、 $B_s$  が高くかつ  $H_c$  の小さい磁性合金が得られる。窒素の含有量は、1原子%未満であると十分な低  $H_c$  が得られず、とくに良好な熱安定性が得られない。又、窒素の含有量が20原子%を超えると  $B_s$  の低下と  $H_c$  の増大が

安定性が得られない。又、 $\bar{z}$  が15%を超えると多層化したことによる磁歪の低下が顕著に現れなくなる。従って、 $Fe_w M_x O_y N_z$  と  $Fe_w I M_x I O_y I$  との多層膜の膜厚方向の平均の窒素含有量が0.5~15原子%である時、高  $B_s$ ・低  $H_c$ ・低磁歪で熱安定性に優れた磁性合金を得ることができる。

(発明の効果)

以上詳述したように、本発明になる磁性合金膜は、高  $B_s$ ・低  $H_c$  で熱安定性に優れ磁歪が正である  $Fe_w M_x O_y N_z$  合金と、 $H_c$  と熱安定性は  $Fe_w M_x O_y N_z$  合金に劣るが磁歪が負である  $Fe_w I M_x I O_y I$  合金とを交互に積層して多層構造とすることにより、 $B_s$ ・ $H_c$ ・熱安定性は  $Fe_w M_x O_y N_z$  合金単層と同等の優れた特性を示し、磁歪は  $Fe_w M_x O_y N_z$  合金と  $Fe_w I M_x I O_y I$  合金のそれぞれの磁歪の略平均に近い値となる結果、非常に低磁歪の磁性合金が得られるものである。従って、本発明の磁性合金膜を用いれば、高保磁力媒体への良好な磁気

記録再生が行える他、高性能の薄膜磁気ヘッド等を作成することも可能となり、高密度磁気記録再生が実現できる。

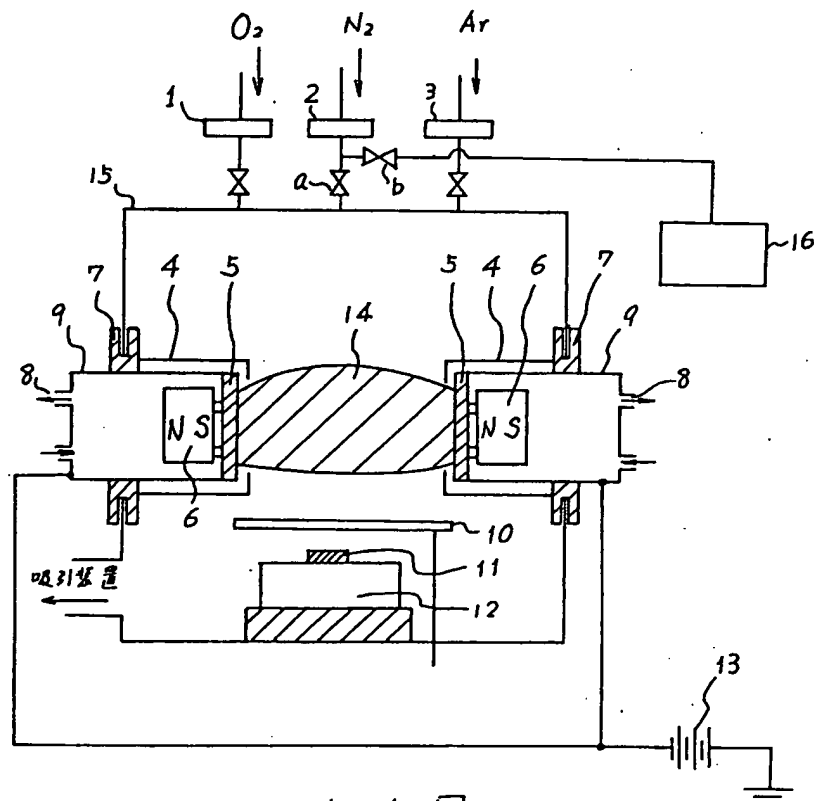
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明になる磁性合金膜を製造する装置の一実施例であるスパッタ装置の概略図、第2図は、本発明になる多層構造からなる磁性合金膜と単層構造の磁性合金膜との飽和磁束密度、保磁力、磁歪、熱安定性のそれぞれの比較を示す図、第3図は、 $Fe_w M_x O_y N_z$ なる組成式の合金膜の窒素、酸素及びTa、Nb、Siなどの添加元素の含有量と飽和磁束密度、保磁力の関係を示す図である。

|   | 磁性合金膜  | $B_s(\text{mG})$ | $H_c(\text{Oe})$ | $\lambda_s$          | 熱安定性 |
|---|--|------------------|------------------|----------------------|------|
| 本<br>発<br>明<br>の<br>磁<br>性<br>合<br>金<br>膜 | $Fe_{95}Ta_3O_4N_5$<br>/ $Fe_{93}Ta_3O_4$<br>積層体 | 17.5             | 0.2              | $8 \times 10^{-7}$   | ◎    |
|   | $Fe_{95}Nb_3O_4N_5$<br>/ $Fe_{93}Nb_3O_4$<br>積層体 | 18               | 0.3              | $8 \times 10^{-7}$   | ◎    |
|   | $Fe_{95}Si_2O_5N_5$<br>/ $Fe_{93}Si_2O_5$<br>積層体 | 18               | 0.1              | $6 \times 10^{-7}$   | ◎    |
| 比<br>較<br>例                               | $Fe_{95}Ta_3O_4N_5$                              | 17               | 0.2              | $3.5 \times 10^{-6}$ | ◎    |
|   | $Fe_{93}Ta_3O_4$                                 | 18.5             | 1.0              | $-2 \times 10^{-6}$  | △    |
|   | $Fe_{95}Si_2O_5N_5$                              | 17.5             | 0.1              | $3 \times 10^{-6}$   | ◎    |
|   | $Fe_{93}Si_2O_5$                                 | 18               | 0.8              | $-2 \times 10^{-6}$  | ×    |

特許出願人 日本ビクター株式会社  
代表者 垣木 邦夫

第 2 図



第 1 図

| 試料<br>番号 | O<br>(原3%) | N<br>(原3%) | Ta<br>(原3%) | Nb<br>(原3%) | Si<br>(原3%) | Fe   | Ba<br>(μg) | Hc<br>(Oe) |
|----------|------------|------------|-------------|-------------|-------------|------|------------|------------|
| 1        | 3.8        | 4.1        | 1.8         | —           | —           | ba1. | 17         | 0.2        |
| 2        | 4.5        | 3.6        | —           | 1.5         | —           | ba1. | 18         | 0.3        |
| 3        | 9.8        | 4.4        | 3.8         | —           | —           | ba1. | 15.5       | 0.8        |
| 4        | 2.5        | 19.3       | 1.0         | —           | —           | ba1. | 10         | 1.0        |
| 5        | 19.4       | 3.7        | 1.1         | —           | —           | ba1. | 11         | 1.0        |
| 6        | 2.6        | 3.7        | —           | —           | 2.0         | ba1. | 17         | 0.1        |
| 7        | 0.1        | 9.6        | —           | —           | 1.5         | ba1. | 15         | 0.5        |
| 8        | 9.8        | 1.0        | —           | —           | 6.0         | ba1. | 13         | 0.5        |
| 9        | 2.8        | 5.8        | —           | —           | 0.5         | ba1. | 17         | 0.3        |
| 10       | 2.5        | 19.3       | —           | —           | 1.5         | ba1. | 10         | 1.0        |
| 11       | 19.4       | 3.7        | —           | —           | 1.5         | ba1. | 11         | 1.0        |

## 第 3 図

## 手続補正書



平成元年11月14日

特許庁長官 殿

## 6. 補正の内容

(1) 明細書第8頁第20行記載の「Ar」を「Ar<sup>+</sup>」と補正する。

(2) 同第10頁第16行記載の「10」を「10<sup>-6</sup>」と補正する。

以上

## 1. 事件の表示

平成1年特許願第256112号

## 2. 発明の名称

磁性合金膜

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 神奈川県横浜市神奈川区守屋町3丁目12番地

名称 (432) 日本ビクター株式会社

代表者 垣木 邦夫

## 4. 補正命令の日付

自発補正

## 5. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄



方式 図 審査